

**PCT**ORGANISATION MONDIALE DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE  
Bureau international

## DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets <sup>7</sup> : <b>C22C 38/44, 38/42, 38/46</b>	<b>A1</b>	(11) Numéro de publication internationale: <b>WO 00/00658</b> (43) Date de publication internationale: 6 janvier 2000 (06.01.00)
<p>(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR99/01543</p> <p>(22) Date de dépôt international: 28 juin 1999 (28.06.99)</p> <p>(30) Données relatives à la priorité: 98/08247 29 juin 1998 (29.06.98) FR</p> <p>(71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): AUBERT &amp; DUVAL [FR/TR]; 41, rue de Villiers, F-92200 Neuilly sur Seine (FR).</p> <p>(72) Inventeur; et (75) Inventeur/Déposant (US seulement): DUBOIS, Philippe [FR/FR]; 11, rue Georges Auric, F-91480 Quincy Sous Sénart (FR).</p> <p>(74) Mandataire: ROGER-PETIT, Georges; Office Blétry, 2, boulevard de Strasbourg, F-75010 Paris (FR).</p>		<p>(81) Etats désignés: BR, CA, US, brevet européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).</p> <p>Publiée <i>Avec rapport de recherche internationale.</i></p>
<p>(54) Title: CASE HARDENED STEEL WITH HIGH TEMPERING TEMPERATURE, METHOD FOR OBTAINING SAME AND PARTS FORMED WITH SAID STEEL</p> <p>(54) Titre: ACIER DE CEMENTATION A TEMPERATURE DE REVENU ELEVEE, PROCEDE POUR SON OBTENTION ET PIECES FORMEES AVEC CET ACIER</p> <p>(57) Abstract</p> <p>The invention concerns a case hardened steel composition comprising, expressed by weight: 0.06 to 0.18 % C; 0.5 to 1.5 % Si; 0.2 to 1.5 % Cr; 1 to 3.5 % Ni; 1.1 to 3.5 % Mo; and, as the case may be: not more than 1.6 % Mn and/or not more than 0.4 % V, and/or not more than 2 % Cu and/or not more than 4 % Co, the rest consisting of iron and residual impurities, said composition contents in Ni, Mn, Cu, Co, Cr, Mo and V, expressed by weight, satisfying the following relationships: <math>2.5 \leq \text{Ni} + \text{Mn} + 1.5 \text{ Cu} + 0.5 \text{ Co} \leq 5</math> (1); <math>2.4 \leq \text{Cr} + \text{Mo} + \text{V} \leq 3.7</math> (2). The invention also concerns a method for making case hardened and treated steel parts, made with said compositions.</p> <p>(57) Abrégé</p> <p>L'invention concerne une composition d'acier de cémentation comprenant, exprimés en poids: 0,06 à 0,18 % de C; 0,5 à 1,5 % de Si; 0,2 à 1,5 % de Cr; 1 à 3,5 % de Ni; 1,1 à 3,5 % de Mo; et, le cas échéant, au plus 1,6 % de Mn; et/ou au plus 0,4 % de V; et/ou au plus 2 % de Cu, et/ou au plus 4 % de Co, le complément étant constitué de fer et d'impuretés résiduelles, les teneurs de cette composition en Ni, Mn, Cu, Co, Cr, Mo et V, exprimées en poids, satisfaisant aux relations suivantes: (1) <math>2,5 \leq \text{Ni} + \text{Mn} + 1,5 \text{ Cu} + 0,5 \text{ Co} \leq 5</math>; (2) <math>2,4 \leq \text{Cr} + \text{Mo} + \text{V} \leq 3,7</math>; ainsi qu'un procédé de fabrication de pièces cémentées et traitées, réalisées dans ces compositions.</p>		

# **UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION**

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AL	Albanie	ES	Espagne	LS	Lesotho	SI	Slovénie
AM	Arménie	FI	Finlande	LT	Lituanie	SK	Slovaquie
AT	Autriche	FR	France	LU	Luxembourg	SN	Sénégal
AU	Australie	GA	Gabon	LV	Lettonie	SZ	Swaziland
AZ	Azerbaïdjan	GB	Royaume-Uni	MC	Monaco	TD	Tchad
BA	Bosnie-Herzégovine	GE	Géorgie	MD	République de Moldova	TG	Togo
BB	Barbade	GH	Ghana	MG	Madagascar	TJ	Tadjikistan
BE	Belgique	GN	Guinée	MK	Ex-République yougoslave de Macédoine	TM	Turkménistan
BF	Burkina Faso	GR	Grèce	ML	Mali	TR	Turquie
BG	Bulgarie	HU	Hongrie	MN	Mongolie	TT	Trinité-et-Tobago
BJ	Bénin	IE	Irlande	MR	Mauritanie	UA	Ukraine
BR	Brsil	IL	Israël	MW	Malawi	UG	Ouganda
BY	Bélarus	IS	Islande	MX	Mexique	US	Etats-Unis d'Amérique
CA	Canada	IT	Italie	NE	Niger	UZ	Ouzbékistan
CF	République centrafricaine	JP	Japon	NL	Pays-Bas	VN	Viet Nam
CG	Congo	KE	Kenya	NO	Norvège	YU	Yougoslavie
CH	Suisse	KG	Kirghizistan	NZ	Nouvelle-Zélande	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	République populaire démocratique de Corée	PL	Pologne		
CM	Cameroun	KR	République de Corée	PT	Portugal		
CN	Chine	KZ	Kazakstan	RO	Roumanie		
CU	Cuba	LC	Sainte-Lucie	RU	Fédération de Russie		
CZ	République tchèque	LI	Liechtenstein	SD	Soudan		
DE	Allemagne	LK	Sri Lanka	SE	Suède		
DK	Danemark	LR	Libéria	SG	Singapour		
EE	Estonie						

Acier de cémentation à température de revenu élevée, procédé pour son  
obtention et pièces formées avec cet acier

La présente invention concerne une composition d'acier de  
cémentation, des pièces formées avec cet acier, ainsi qu'un procédé de  
5 fabrication de pièces réalisées dans cet acier.

La cémentation est un traitement thermochimique superficiel ayant  
généralement pour but d'obtenir des pièces combinant une bonne ductilité  
à coeur et une surface cémentée dure et résistante à l'usure.

De nombreuses applications nécessitent l'utilisation d'un acier  
10 présentant une bonne résistance à l'adoucissement aux températures de  
fonctionnement. On peut citer, à titre d'exemple, les pignons, roulements et  
arbres de boîte de transmission pour hélicoptère ou pour des véhicules  
destinés à la compétition automobile, les pignons, arbres à cames et autres  
pièces utilisées dans les systèmes de distribution des moteurs thermiques,  
15 les injecteurs de carburant et les compresseurs.

Les aciers de cémentation habituellement utilisés pour ces  
applications sont, notamment, le 17CrNiMo6, le 16NiCr6, le 14NiCr12, le  
10NiCrMo13, le 16NiCrMo13 ou le 17NiCrMo17. Ces aciers peuvent être  
utilisés jusqu'à des températures de fonctionnement voisines de 130°C,  
20 mais ne présentent ni une résistance à l'adoucissement, ni une dureté à  
chaud de la couche cémentée suffisantes pour des températures de  
fonctionnement dépassant 190°C.

Le brevet US n° 3 713 905 délivré à T.V. Philip et R.L. Vedder le 30  
janvier 1973 décrit les propriétés obtenues pour un acier dont la  
25 composition chimique, en pourcentage en poids, est la suivante :

0,07-0,8% de C,  
au plus 1% de Mn,  
0,5-2% de Si,  
0,5-1,5% de Cr,  
30 2-5% de Ni,  
0,65-4% de Cu,  
0,25-1,5% de Mo,

au plus 0,5% de V,  
le complément étant du fer.

Les valeurs de traction et de résilience obtenues avec cet acier sont compatibles pour les applications envisagées, en revanche la résistance au  
5 revenu et la dureté à chaud de la couche cémentée sont insuffisantes pour les applications précitées et pour des températures de fonctionnement allant jusqu'à 220°C.

Le brevet US n° 4 157 258 délivré à T.V. Philip et R.W. Krieble le 5  
juin 1979 décrit un acier dont la composition chimique en pourcentage en  
10 poids est la suivante :

0,06-0,16% de C  
0,2-0,7% de Mn  
0,5-1,5% de Si  
0,5-1,5% de Cr  
15 1,5-3% de Ni  
1-4% de Cu  
2,5-4% de Mo  
≤ 0,4% de V  
≤ 0,05% de P  
20 ≤ 0,05% de S  
≤ 0,03% de N  
≤ 0,25% de Al  
≤ 0,25% de Nb  
≤ 0,25% de Ti  
25 ≤ 0,25% de Zr  
≤ 0,25% de Ca,  
le complément étant du fer.

Cet acier présente un bon compromis entre les caractéristiques de traction et de résilience. La couche cémentée permet une température de  
30 revenu jusqu'à environ 260°C. La température de fonctionnement maximale est d'environ 230°C.

Cependant, aucune des compositions d'acier de cémentation de la technique antérieure ne permet d'atteindre une température de revenu de la couche cémentée allant jusqu'à 350°C, ainsi qu'une bonne dureté à chaud pour des températures de fonctionnement allant jusqu'à 280°C, tout en conservant des caractéristiques à coeur satisfaisantes.

Or, un besoin pour de tels aciers existe à l'heure actuelle dans de nombreux domaines. En ce qui concerne, par exemple, la fabrication de pièces d'engrenage pour hélicoptères, les réglementations prévoient qu'un hélicoptère doit pouvoir fonctionner pendant trente minutes après avoir perdu l'huile de sa boîte de transmission à la suite d'un incident. Cela suppose que les matériaux utilisés pour fabriquer ces engrenages aient subi un revenu à une température minimale d'environ 280°C.

Dans le domaine des moteurs thermiques, les concepteurs s'orientent vers une augmentation des températures de fonctionnement des organes moteur et des organes liés telles les boîtes de vitesse, afin d'accroître les rendements et/ou de simplifier les circuits d'extraction de calories. Or, suivant la localisation des pièces dans ces organes, les températures de fonctionnement peuvent atteindre jusqu'à 280°C, ce qui impose une température de revenu minimale de 330°C pour garantir la stabilité des propriétés en utilisation.

La présente invention a donc essentiellement pour but de mettre à disposition une composition d'acier de cémentation permettant d'atteindre l'ensemble des caractéristiques susmentionnées.

Un premier objet de l'invention est ainsi une composition d'acier de cémentation comprenant, exprimés en poids,

0,06 à 0,18% de C,  
0,5 à 1,5% de Si,  
0,2 à 1,5% de Cr,  
1 à 3,5% de Ni,  
1,1 à 3,5% de Mo,  
et, le cas échéant,  
au plus 1,6% de Mn, et/ou

au plus 0,4% de V, et/ou

au plus 2% de Cu, et/ou

au plus 4% de Co,

le complément étant constitué de fer et d'impuretés résiduelles,

- 5 les teneurs de cette composition en Ni, Mn, Cu, Co, Cr, Mo et V, exprimées en poids, satisfaisant aux relations suivantes :

$$2,5 \leq \text{Ni} + \text{Mn} + 1,5 \text{ Cu} + 0,5 \text{ Co} \leq 5 \quad (1)$$

$$2,4 \leq \text{Cr} + \text{Mo} + \text{V} \leq 3,7 \quad (2)$$

- 10 Le soufre est, de préférence, limité à 0,010% et le phosphore à 0,020% en poids, pour des applications haut de gamme, mais des teneurs plus élevées sont cependant acceptables pour d'autres applications, dans la mesure où elles ne provoquent pas de réduction des propriétés de ductilité, de ténacité et de résistance à la fatigue de l'acier.

- 15 Les éléments tels que l'aluminium, le cérium, le titane, le zirconium, le calcium, le niobium, qui servent soit à désoxyder soit à affiner la taille de grain sont, de préférence, limités à 0,1% en poids chacun.

- 20 En ce qui concerne les principaux éléments de la composition, on constate, d'une façon générale que les basses teneurs en carbone, silicium, molybdène, chrome et vanadium, ainsi que les hautes teneurs en manganèse, nickel, cobalt et cuivre permettent d'améliorer les propriétés de ductilité et de ténacité de l'acier.

A contrario, les hautes teneurs en carbone, silicium, molybdène, chrome et vanadium ainsi que les basses teneurs en manganèse, nickel, cobalt et cuivre permettent d'améliorer la résistance au revenu de l'acier.

- 25 Le rôle du carbone est essentiellement de contribuer à l'obtention de la dureté, de la résistance à la traction et de la trempabilité. Pour des teneurs en carbone inférieures à 0,06% en poids, la dureté et la résistance à la traction obtenues à coeur des pièces cémentées et traitées sont insuffisantes.

- 30 En pratique, la résistance minimale à la traction recherchée est d'environ 1000 MPa, soit environ 320 HV (dureté Vickers). Plus la teneur en carbone augmente, plus la dureté, la résistance à la traction et la

trempeabilité augmentent mais, dans le même temps, la résilience et la ténacité décroissent. C'est pour cette raison que la teneur en carbone est limitée à une valeur maximale de 0,18% en poids.

La fourchette la plus intéressante pour le compromis entre résistance à la traction et ténacité est 0,09-0,16% en poids en carbone. Mais, les fourchettes 0,06-0,12% et 0,12-0,18% sont elles aussi intéressantes pour des applications nécessitant différents niveaux de dureté à coeur.

Le silicium contribue pour une large part à la résistance au revenu de cet acier et sa teneur minimale est de 0,5% en poids. Afin d'éviter la formation de ferrite delta et pour conserver une ténacité suffisante, la teneur en silicium est limitée à un maximum de 1,5% en poids. La fourchette optimale est de 0,7-1,3% en poids, mais la fourchette 1,3-1,5% est aussi intéressante.

Le chrome contribue pour une part à la trempeabilité du coeur et à la bonne résistance au revenu de la couche cémentée, sa teneur minimale est de 0,2% en poids. Pour éviter une fragilisation de la couche cémentée par excès de carbures en réseau, la teneur en chrome doit être limitée à une valeur maximale de 1,5% en poids. La fourchette optimale est de 0,5-1,2%, mais les fourchettes 0,2-0,8% et 0,8-1,5% sont elles aussi intéressantes.

Le molybdène joue un rôle identique à celui du chrome, et il permet de plus de conserver une dureté à chaud élevée, notamment par la formation de carbures intragranulaires dans la couche cémentée. Sa teneur minimale est de 1,1% en poids. Mais, son effet fragilisant sur cet acier conduit à limiter sa teneur maximale à 3,5% en poids. La fourchette optimale est de 1,5-2,5%, mais les fourchettes 1,1-2,3% et 2,3-3,5% sont elles aussi intéressantes.

Le vanadium contribue à limiter le grossissement du grain durant les cycles de cémentation et de traitement d'emploi. A cause de son effet fragilisant et de son influence sur la formation de ferrite, sa teneur doit être limitée à une valeur maximale de 0,4% en poids. La fourchette optimale est de 0,15-0,35% mais les fourchettes 0,05-0,25% et 0,25-0,4% sont elles aussi intéressantes.

Le manganèse, le nickel et le cuivre sont des éléments gammagènes nécessaires pour équilibrer la composition chimique, éviter la formation de ferrite et limiter la température des points de transformation  $\alpha/\gamma$ . Ils contribuent aussi fortement à augmenter la trempabilité, la résilience et la  
5      ténacité mais, en trop forte teneur, ils détériorent la résistance au revenu, la dureté à chaud et la résistance à l'usure et augmentent la quantité d'austénite résiduelle dans la couche cémentée.

Le manganèse est pour ces raisons limité au maximum à 1,6% en poids. La fourchette optimale est de 0,2-0,7% en poids, mais la fourchette  
10      0,7-1,5% est aussi intéressante. De même, le nickel est limité à la fourchette 1-3,5% en poids, la fourchette optimale est 2-3%, mais les fourchettes 1-2% et 2-3,5% sont aussi intéressantes. Enfin le cuivre est limité au maximum à 2% en poids, la fourchette optimale est de 0,3-1,1%, mais la fourchette 1,1-2% peut aussi être intéressante.

Le cobalt contribue à la résistance au revenu de l'acier et permet  
15      d'abaisser le point de transformation au chauffage. Son effet est sensible même pour de faibles teneurs. Pour des teneurs élevées cet élément, par son caractère gammagène, stabilise l'austénite résiduelle dans la couche cémentée. La limite maximale est de 4% en poids, des teneurs inférieures à  
20      1,5% en poids étant recommandées.

Un second objet de l'invention est un procédé de fabrication de pièces cémentées et traitées comprenant les opérations suivantes :

- a - constitution d'une charge destinée à obtenir une composition  
conforme à la présente invention, telle que décrite plus haut,
- 25      b - fusion de ladite charge dans un four à arc,
- c - réchauffage et transformation thermomécanique du lingot,
- d - traitement thermique d'homogénéisation de la structure et d'affinement du grain,
- e - cémentation, et
- 30      f - traitement thermique d'emploi.

L'acier selon l'invention peut être obtenu par les techniques conventionnelles d'élaboration mais, pour obtenir de meilleurs résultats en



résilience, ténacité et fatigue, il est recommandé d'effectuer une refusion par électrode consommable, soit sous laitier (ESR), soit sous pression réduite (VAR), à la suite de la fusion dans le four à arc.

5 Pour augmenter encore ces performances, il est également possible d'effectuer la première fusion par induction sous pression réduite (VIM) et de poursuivre avec une refusion par électrode consommable.

10 Les lingots obtenus par l'une quelconque des voies précédentes subissent un réchauffage à des températures d'environ 1100°C pour homogénéiser la structure, suivi de transformations thermomécaniques visant à conférer au produit réalisé dans cet alliage un taux de corroyage suffisant que l'on préférera supérieur ou égal à 3 (étape c du procédé selon l'invention). Des taux de corroyage inférieurs peuvent cependant être admis pour des pièces de grandes dimensions. Ces transformations thermomécaniques s'appuient sur des modes opératoires classiques, tels  
15 que le laminage, le forgeage, le matriçage ou le filage.

Plusieurs variantes de réalisation sont envisageables en ce qui concerne l'étape d du procédé selon l'invention. Les produits transformés peuvent être simplement adoucis à une température inférieure au point critique ( $AC_1$ ), ou recuits à une température supérieure au point critique  
20 ( $AC_1$ ), ce qui suppose alors un début de refroidissement suffisamment lent.

Lorsqu'on recherche les meilleures caractéristiques possibles, il est cependant préférable d'effectuer une normalisation à partir d'une température supérieure au point critique ( $AC_3$ ), suivie d'un refroidissement à l'air et d'un revenu d'adoucissement à une température inférieure au point  
25 critique ( $AC_1$ ).

A titre indicatif, la température du point critique ( $AC_1$ ) se situe généralement dans la gamme allant de 700 à 800°C, tandis que la température du point critique ( $AC_3$ ) se situe généralement dans la gamme allant de 900 à 980°C.

30 La cémentation, étape e du procédé selon l'invention, peut être effectuée en utilisant des moyens conventionnels, le cycle de cémentation étant à définir par l'homme du métier en fonction de la profondeur de

durcissement recherchée, d'une façon tout à fait classique. On peut notamment utiliser un procédé à basse pression.

En ce qui concerne l'étape f de traitement thermique d'emploi des pièces, de nombreuses variantes de réalisation sont envisageables. Il est possible de passer directement de la température de cémentation à la température d'austénitisation, puis de tremper les pièces, mais il est préférable de laisser refroidir les pièces jusqu'à température ambiante après cémentation, puis de les réchauffer jusqu'à la température d'austénitisation, au dessus du point critique ( $AC_3$ ) avant de les tremper. La plage de températures d'austénitisation est, à titre indicatif, de 900-1050°C.

Les meilleures caractéristiques de traction, résilience, ténacité du coeur et de dureté superficielle de la couche cémentée sont obtenues en effectuant une trempe à l'huile après austénitisation, mais un bon compromis de ces mêmes caractéristiques peut être atteint en effectuant une trempe au gaz qui présente l'avantage de réduire la déformation des pièces lors de cette opération et donc de minimiser les usinages ultérieurs.

Afin d'obtenir les valeurs maximales de dureté de la couche cémentée, et de résilience et de ténacité de la sous-couche, il est préférable d'effectuer un revenu à la température la plus basse possible, compatible avec la température d'utilisation. Un écart de 50°C entre température de revenu et température d'utilisation est plus particulièrement préféré, la température de revenu pouvant atteindre jusqu'à 350°C.

Dans le cas de la fabrication de cet acier en grande quantité, la technique de la coulée continue peut être utilisée afin de réduire les coûts de production et il faut alors s'attendre à un abaissement des caractéristiques de ductilité, de résilience et de ténacité, notamment.

Un troisième objet de l'invention est constitué par les pièces cémentées et traitées réalisées avec l'acier de cémentation selon l'invention et qui présentent, à température ambiante, une dureté à coeur voisine de 320 à 460 HV, une résilience ISO V d'au moins 50 Joules, et plus particulièrement de 70 à 150 Joules, une ténacité voisine de 100 MPa $\sqrt{m}$ , une dureté superficielle de la couche cémentée voisine de 750 HV, et qui, à

250°C, présente une dureté superficielle de la couche cémentée voisine de 650 HV. Ces pièces peuvent être fabriquées avantageusement au moyen du procédé de fabrication selon l'invention, mais également par tout autre procédé choisi en fonction de l'application finale.

- 5 Les exemples de réalisation de l'invention qui suivent montrent que la combinaison des éléments carbone, manganèse, silicium, chrome, nickel, molybdène, vanadium, cuivre et cobalt, dans les proportions en poids indiquées précédemment, conduit à un acier ayant simultanément d'excellentes caractéristiques de dureté, traction, résilience, transition de  
10 résilience et ténacité du coeur, associées à une excellente résistance au revenu et à d'excellentes duretés à chaud de la couche cémentée jusqu'à des températures d'utilisation de 280°C.

#### Exemples

Les symboles utilisés dans la suite ont les significations suivantes :

- 15  $R_m$  = résistance maximale  
 $R_{p0,2}$  = limite élastique conventionnelle à 0,2% de déformation  
 $A_{5d}$  = allongement en % sur la base 5 d (d = diamètre de l'éprouvette)  
 $Z$  = striction  
20  $HV$  = dureté Vickers  
 $HRC$  = dureté Rockwell  
 $KV$  = Energie de rupture en flexion par choc sur éprouvette à entaille en V

Les exemples sont complétés par les figures des planches de  
25 dessins annexées, dans lesquelles :

- la figure 1 représente les variations de la microdureté en fonction de la profondeur pour deux échantillons dont la préparation est décrite dans l'exemple 1,
- la figure 2 représente les variations de la microdureté en fonction de la  
30 profondeur pour deux échantillons dont la préparation est décrite dans l'exemple 2,

- la figure 3 représente les variations de la microdureté en fonction de la profondeur pour deux échantillons dont la préparation est décrite dans l'exemple 3,
- 5 • la figure 4 représente les variations de la microdureté en fonction de la profondeur pour deux échantillons dont la préparation est décrite dans l'exemple 4,
- la figure 5 représente les variations de la microdureté en fonction de la profondeur pour deux échantillons dont la préparation est décrite dans l'exemple 5,
- 10 • la figure 6 représente les variations de la microdureté en fonction de la profondeur pour deux échantillons dont la préparation est décrite dans l'exemple 6,
- la figure 7 représente les variations de la microdureté en fonction de la profondeur pour trois échantillons dont la préparation est décrite dans l'exemple 8.
- 15

#### Exemple n° 1

Un lingot de 35 kg a été élaboré dans la composition chimique indiquée en pourcentage en poids ci-dessous, conformément aux indications de la présente invention :

20

	C	0,15%
	Si	1,11%
	Mn	0,43%
	Cr	0,92%
25	Ni	2,51%
	Mo	1,96%
	V	0,28%

le reste étant constitué de fer et d'impuretés résiduelles.

Ce lingot a été élaboré par fusion à l'arc, il a ensuite été homogénéisé à haute température pour donner une structure uniforme, puis il a été forgé. Les produits forgés ont été refroidis lentement au four. Ils

30

ont été normalisés afin de mettre en solution les carbures, d'homogénéiser la structure austénitique et d'affiner le grain.

- Des barres issues de cette invention ont été austénitisées à 940°C, trempées à l'huile, passées par le froid dans une enceinte cryogénique régulée à -75°C, puis revenues à une température de 250°C.

Les caractéristiques mécaniques obtenues sont indiquées dans le tableau suivant :

<b>Rm (MPa)</b>	<b>Rp0,2 (MPa)</b>	<b>A<sub>5d</sub> (%)</b>	<b>Z (%)</b>	<b>KV (J)</b>
1427	1101	13,5	60	69

- D'autres échantillons de cet acier ont été cémentés en utilisant un procédé à basse pression à une température d'environ 900°C pendant 8 heures, puis austénitisés à 940°C, passés par le froid dans une enceinte cryogénique régulée à -75°C et enfin revenus à des températures comprises entre 150 et 350°C.

- Les duretés superficielles de la couche cémentée et les duretés à coeur obtenues pour différentes températures de revenu sont indiquées dans le tableau suivant :

<b>Température de revenu (°C)</b>	<b>150</b>	<b>200</b>	<b>250</b>	<b>300</b>	<b>350</b>
Dureté HV en surface	800	752	751	735	720
Dureté HV à coeur	443	438	437	436	437

- Des mesures de duretés sur coupes polies ont aussi été effectuées, afin de déterminer le gradient de dureté dans la couche cémentée. La figure 1 montre les résultats obtenus pour des températures de revenu de 150°C et de 350°C.

Exemple n° 2

Un lingot de 35 kg a été élaboré dans la composition chimique indiquée en pourcentage en poids ci-dessous, conformément aux indications de la présente invention :

C	0,146%
Si	1,12%
Mn	1%
Cr	0,92%
Ni	1,54%
Mo	1,97%
V	0,284%

le reste étant constitué de fer et d'impuretés résiduelles.

Ce lingot a été élaboré par fusion à l'arc et a ensuite été homogénéisé à haute température pour obtenir une structure uniforme, puis il a été forgé. Les produits forgés ont été refroidis lentement au four. Ils ont été normalisés afin de mettre en solution les carbures, d'homogénéiser la structure austénitique et d'affiner le grain.

Des barres issues de ces traitements ont été austénitisées à 940°C, trempées à l'huile, passées par le froid dans une enceinte cryogénique régulée à -75°C, puis revenues à une température de 250°C.

Les caractéristiques mécaniques obtenues sont indiquées dans le tableau suivant :

Rm (MPa)	Rp0,2 (MPa)	A <sub>5d</sub> (%)	Z (%)	KV (J)
1415	1081	13,4	57	51

D'autres échantillons de cet acier ont été cémentés en utilisant un procédé à basse pression à une température d'environ 900°C pendant 8 heures, puis austénitisés à 940°C, passés par le froid dans une enceinte

cryogénique réglée à -75°C et enfin revenus à des températures comprises entre 150 et 350°C.

Les duretés superficielles de la couche cémentée et les duretés à coeur obtenues pour différentes températures de revenu, sont indiquées dans le tableau suivant :

Température de revenu (°C)	150	200	250	300	350
Dureté HV en surface	835	748	750	734	722
Dureté HV à coeur	441	436	435	437	433

Des mesures de duretés sur coupes polies ont aussi été effectuées, afin de déterminer le gradient de dureté dans la couche cémentée. La figure 2 montre les résultats obtenus pour des températures de revenu de 150°C et de 350°C.

#### Exemple n° 3

Un lingot de 35 kg a été élaboré dans la composition chimique indiquée en pourcentage en poids ci-dessous, conformément aux indications de la présente invention :

C	0,14%
Si	1,49%
Mn	0,98%
Cr	0,914%
Ni	1,53%
Mo	1,99%
V	0,284%
Cu	0,801%

le reste étant constitué de fer et d'impuretés résiduelles.

Ce lingot a été élaboré par fusion à l'arc, il a ensuite été homogénéisé à haute température pour obtenir une structure uniforme, puis il a été forgé. Les produits forgés ont été refroidis lentement au four. Ils ont

été normalisés afin de mettre en solution les carbures, d'homogénéiser la structure austénitique et d'affiner le grain.

Des barres issues de cette invention ont été austénitisées à 940°C, trempées à l'huile, passées par le froid dans une enceinte cryogénique régulée à -75°C, puis revenues à une température de 250°C.

Les caractéristiques mécaniques obtenues sont indiquées dans le tableau suivant :

<b>Rm</b> <b>(MPa)</b>	<b>Rp0,2</b> <b>(MPa)</b>	<b>A<sub>5d</sub></b> <b>(%)</b>	<b>Z</b> <b>(%)</b>	<b>KV</b> <b>(J)</b>
1440	1136	13,2	57	66

D'autres échantillons de cet acier ont été cémentés en utilisant un procédé à basse pression à une température d'environ 900°C pendant 8 heures, puis austénitisés à 940°C, passés par le froid dans une enceinte cryogénique régulée à -75°C et enfin revenus à des températures comprises entre 150 et 350°C.

Les duretés superficielles de la couche cémentée et les duretés à coeur obtenues pour différentes températures de revenu, sont indiquées dans le tableau suivant :

<b>Température de revenu</b> <b>(°C)</b>	<b>150</b>	<b>200</b>	<b>250</b>	<b>300</b>	<b>350</b>
Dureté HV en surface	784	740	740	718	712
Dureté HV à coeur	451	440	432	447	438

Des mesures de duretés sur coupes polies ont aussi été effectuées, afin de déterminer le gradient de dureté dans la couche cémentée. La figure 3 montre les résultats obtenus pour des températures de revenu de 150°C et de 350°C.



Exemple n° 4

Un lingot de 35 kg a été élaboré dans la composition chimique indiquée en pourcentage en poids ci-dessous, conformément aux indications de la présente invention :

	C	0,11%
	Si	0,52%
	Mn	0,49%
	Cr	0,99%
10	Ni	1,23%
	Mo	1,96%
	Co	3,96%

le reste étant constitué de fer et d'impuretés résiduelles.

Ce lingot a été élaboré par fusion à l'arc, il a ensuite été homogénéisé à haute température pour obtenir une structure uniforme, puis il a été forgé. Les produits forgés ont été refroidis lentement au four. Ils ont été normalisés, afin de mettre en solution les carbures, d'homogénéiser la structure austénitique et d'affiner le grain.

Des barres issues de ces traitements ont été austénitisées à 940°C, trempées à l'huile, passées par le froid dans une enceinte cryogénique réglée à -75°C, puis revenues à une température de 250°C.

Les caractéristiques mécaniques obtenues sont indiquées dans le tableau suivant :

Rm (MPa)	Rp0,2 (MPa)	A <sub>5d</sub> (%)	Z (%)	KV (J)
1045	801	17,5	76	113

D'autres échantillons de cet acier ont été cémentés en utilisant un procédé à basse pression à une température d'environ 900°C pendant 8 heures, puis austénitisés à 940°C, passés par le froid dans une enceinte

cryogénique réglée à -75°C et enfin revenus à des températures comprises entre 150 et 350°C.

- 5 Les duretés superficielles de la couche cémentée et les duretés à coeur obtenues pour différentes températures de revenu sont indiquées dans le tableau suivant :

Température de revenu (°C)	150	200	250	300	350
Dureté HV en surface	880	786	749	780	715
Dureté HV à coeur	371	381	374	374	367

- 10 Des mesures de duretés sur coupes polies ont aussi été effectuées, afin de déterminer le gradient de dureté dans la couche cémentée. La figure 4 montre les résultats obtenus pour des températures de revenu de 150°C et de 350°C.

#### Exemple n° 5

- 15 Un lingot de 35 kg a été élaboré dans la composition chimique indiquée en pourcentage en poids ci-dessous, conformément aux indications de la présente invention :

	C	0,12%
	Si	0,52%
	Mn	1,47%
20	Cr	0,54%
	Ni	1,05%
	Mo	3%
	V	0,01%

le reste étant constitué de fer et d'impuretés résiduelles.

- 25 Ce lingot a été élaboré par fusion à l'arc, il a ensuite été homogénéisé à haute température pour obtenir une structure uniforme, puis il a été forgé. Les produits forgés ont été refroidis lentement au four. Ils ont

été normalisés, afin de mettre en solution les carbures, d'homogénéiser la structure austénitique et d'affiner le grain.

- Des barres issues de ces traitements ont été austénitisées à 960°C, trempées à l'huile, passées par le froid dans une enceinte cryogénique régulée à -75°C, puis revenues à une température de 250°C.

Les caractéristiques mécaniques obtenues sont indiquées dans le tableau suivant :

<b>R<sub>m</sub></b> <b>(MPa)</b>	<b>R<sub>p0,2</sub></b> <b>(MPa)</b>	<b>A<sub>5d</sub></b> <b>(%)</b>	<b>Z</b> <b>(%)</b>	<b>KV</b> <b>(J)</b>
1149	879	13,6	72	110

- D'autres échantillons de cet acier ont été cémentés en utilisant un procédé à basse pression à une température d'environ 900°C pendant 8 heures, puis austénitisés à 960°C, passés par le froid dans une enceinte cryogénique régulée à -75°C et enfin revenus à des températures comprises entre 150 et 350°C.

- Les duretés superficielles de la couche cémentée et les duretés à coeur obtenues pour différentes températures de revenu sont indiquées dans le tableau suivant :

<b>Température de revenu</b> <b>(°C)</b>	<b>150</b>	<b>200</b>	<b>250</b>	<b>300</b>	<b>350</b>
Dureté HV en surface	864	770	716	705	680
Dureté HV à coeur	440	434	432	423	423

- Des mesures de duretés sur coupes polies ont aussi été effectuées, afin de déterminer le gradient de dureté dans la couche cémentée. La figure 5 montre les résultats obtenus pour des températures de revenu de 150°C et de 300°C.

Exemple n° 6

Un lingot de 35 kg a été élaboré dans la composition chimique indiquée en pourcentage en poids ci-dessous, conformément aux indications de la présente invention :

	C	0,12%
	Si	0,71%
	Mn	1,57%
	Cr	1,02%
10	Ni	1,01%
	Mo	2,02%
	V	0,01%

le reste étant constitué de fer et d'impuretés résiduelles.

Ce lingot a été élaboré par fusion à l'arc, il a ensuite été homogénéisé à haute température pour obtenir une structure uniforme, puis il a été forgé. Les produits forgés ont été refroidis lentement au four. Ils ont été normalisés afin de mettre en solution les carbures, d'homogénéiser la structure austénitique et d'affiner le grain.

Des barres issues de ces traitements ont été austénitisées à 960°C, trempées à l'huile, passées par le froid dans une enceinte cryogénique régulée à -75°C, puis revenues à une température de 250°C.

Les caractéristiques mécaniques obtenues sont indiquées dans le tableau suivant :

Rm (MPa)	Rp0,2 (MPa)	A <sub>5d</sub> (%)	Z (%)	KV (J)
1258	1009	12,3	71	120

D'autres échantillons de cet acier ont été cémentés en utilisant un procédé à basse pression à une température d'environ 900°C pendant 8 heures, puis austénitisés à 960°C, passés par le froid dans une enceinte

cryogénique réglée à -75°C et enfin revenus à des températures comprises entre 150 et 350°C.

Les duretés superficielles de la couche cémentée et les duretés à coeur obtenues pour différentes températures de revenu sont indiquées dans le tableau suivant :

5

Température de revenu (°C)	150	200	250	300	350
Dureté HV en surface	828	779	754	730	702
Dureté HV à coeur	441	438	438	439	439

Des mesures de duretés sur coupes polies ont aussi été effectuées, afin de déterminer le gradient de dureté dans la couche cémentée. La figure 6 montre les résultats obtenus pour des températures de revenu de 150°C et de 300°C.

10

#### Exemple n° 7

Un lingot de 1000 kg a été élaboré conformément à la présente invention, sa composition chimique, exprimée en pourcentage en poids, étant la suivante :

15

C 0,14%  
Si 1,12%  
Mn 0,44%  
Cr 0,95%  
Ni 2,52%  
Mo 1,93%  
V 0,27%  
Cu 0,88%

20

le reste étant constitué de fer et d'impuretés résiduelles.

25

Ce lingot a été obtenu par fusion par induction sous pression partielle (VIM), puis refusion par électrode consommable, il a ensuite été réchauffé à haute température, afin d'homogénéiser la structure, puis il a été laminé

pour aboutir à des barres cylindriques de diamètre 90 mm. Ces barres ont subi un traitement de normalisation, afin de mettre en solution les carbures, homogénéiser la structure austénitique et affiner la taille de grain.

Des échantillons prélevés dans ces barres ont été cémentés en utilisant un procédé à basse pression à une température d'environ 900°C pendant 8 heures, les échantillons destinés à caractériser les propriétés à coeur ont subi un cycle thermique identique, mais dans une atmosphère neutre, afin de ne pas modifier leur composition chimique.

L'ensemble des échantillons a ensuite été austénitisé à 940°C, trempé à l'huile, passé par le froid dans une enceinte cryogénique réglée à -75°C et revenu à une température de 300°C.

Les caractéristiques mécaniques obtenues sont indiquées dans le tableau suivant :

Température de revenu (°C)	Rm (MPa)	Rp0,2 (MPa)	A <sub>5d</sub> (%)	Z (%)	KV (J)
300	1430	1111	13	59	75

L'essai réalisé suivant ASTM E 399-90 sur éprouvette type CT de 20 mm d'épaisseur a conduit à une ténacité K<sub>Q</sub> de 107 MPa√m .

L'évolution de la dureté superficielle de la couche cémentée en fonction de la température de revenu est indiquée dans le tableau ci-après :

Température de revenu (°C)	150	200	250	300	350
Dureté HV	802	751	745	735	706

Le tableau suivant indique l'évolution de la dureté superficielle de la couche cémentée en fonction de la température d'essai, sur un échantillon ayant subi un revenu à 300°C.

Température d'essai (°C)	300	250	200	150	20
Dureté HRC	57	58	59	60	61

5

#### Exemple 8 (comparatif)

Des échantillons similaires ont été usinés dans un acier 16NiCrMo13 et cémentés dans les mêmes conditions que celles décrites dans l'exemple 7.

10

L'ensemble des échantillons a ensuite été austénitisé à 825°C et trempé à l'huile.

15

Des mesures de duretés sur coupes polies ont été effectuées, afin de déterminer le gradient de dureté dans la couche cémentée. La figure 7 montre les résultats obtenus pour des températures de revenu de 150°C, 200°C et 300°C.

20

Les huit exemples précédents montrent, d'une part, que les aciers selon l'invention présentent un excellent compromis entre les caractéristiques de traction, de résilience et de ténacité et, d'autre part, que la couche cémentée présente une résistance au revenu élevée, ainsi que des valeurs élevées de dureté à chaud, nettement supérieures à celles obtenues avec des aciers traditionnels de cémentation.

25

Il va de soi que les formes de réalisation de l'invention qui ont été décrites ci-dessus ont été données à titre purement indicatif et nullement limitatif, et que de nombreuses modifications peuvent être facilement apportées par l'homme de l'art sans pour autant sortir du cadre de l'invention.

**REVENDICATIONS**

1. Composition d'acier de cémentation comprenant, exprimés en poids,

0,06 à 0,18% de C,

0,5 à 1,5% de Si,

0,2 à 1,5% de Cr,

5 1 à 3,5% de Ni,

1,1 à 3,5% de Mo,

et, le cas échéant,

au plus 1,6% de Mn, et/ou

au plus 0,4% de V, et/ou

10 au plus 2% de Cu, et/ou

au plus 4% de Co,

le complément étant constitué de fer et d'impuretés résiduelles,

les teneurs de cette composition en Ni, Mn, Cu, Co, Cr, Mo et V, exprimées

en poids, satisfaisant aux relations suivantes :

15  $2,5 \leq \text{Ni} + \text{Mn} + 1,5 \text{ Cu} + 0,5 \text{ Co} \leq 5$  (1)

$2,4 \leq \text{Cr} + \text{Mo} + \text{V} \leq 3,7$  (2)

2. Composition d'acier de cémentation selon la revendication 1  
comprenant, exprimés en poids

0,09 à 0,16% de C,

20 0,7 à 1,3% de Si,

0,5 à 1,2% de Cr,

2 à 3% de Ni,

1,5 à 2,5% de Mo,

0,2 à 0,7% de Mn,

25 0,15 à 0,35% de V,

0,3 à 1,1% de Cu,

et, le cas échéant,

au plus 1,5% de Co,

le complément étant constitué de fer et d'impuretés résiduelles,



les teneurs de cette composition en Ni, Mn, Cu, Co, Cr, Mo et V, exprimées en poids, satisfaisant aux relations suivantes :

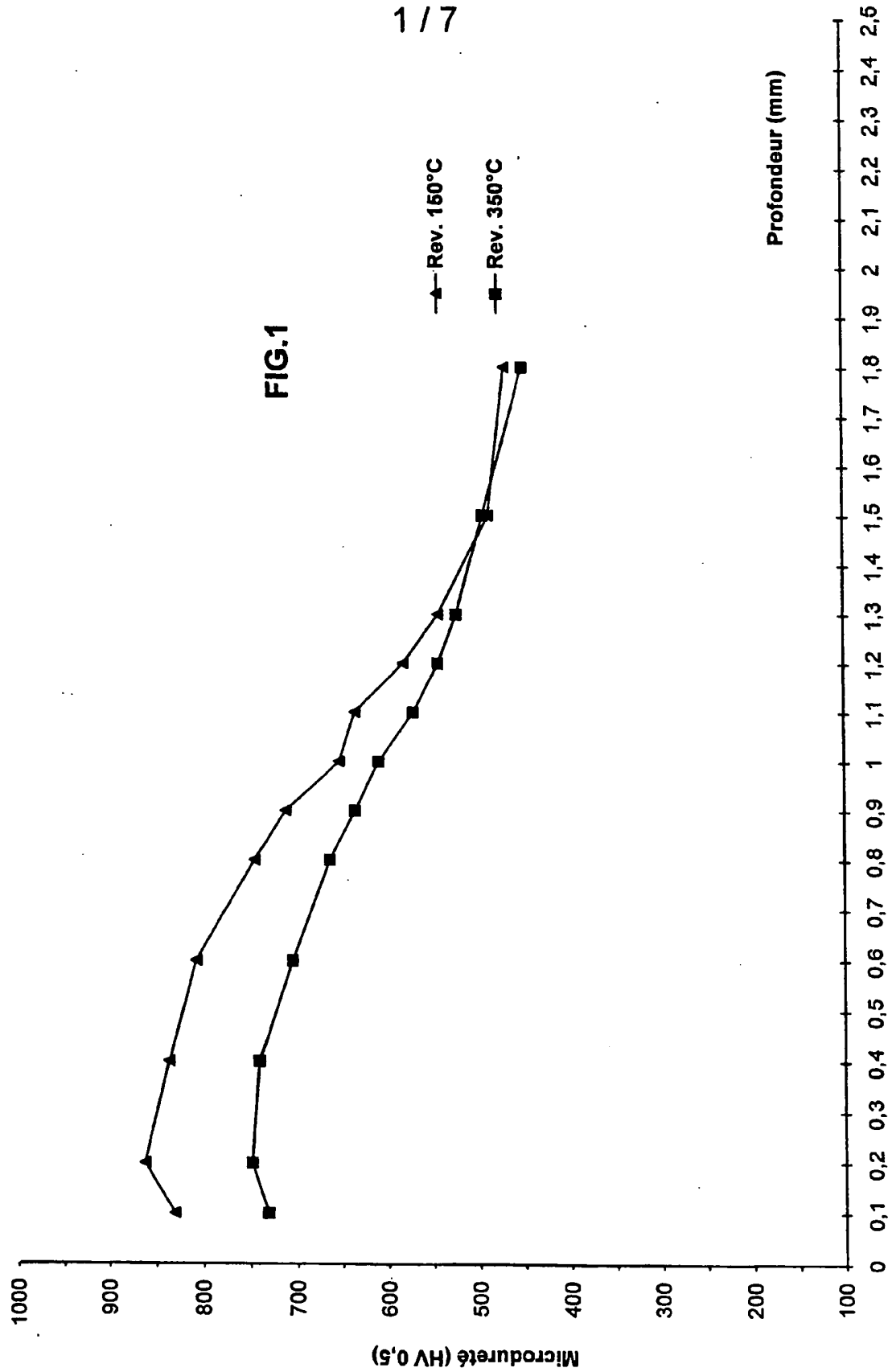
$$2,5 \leq \text{Ni} + \text{Mn} + 1,5 \text{ Cu} + 0,5 \text{ Co} \leq 5 \quad (1)$$

$$2,4 \leq \text{Cr} + \text{Mo} + \text{V} \leq 3,7 \quad (2)$$

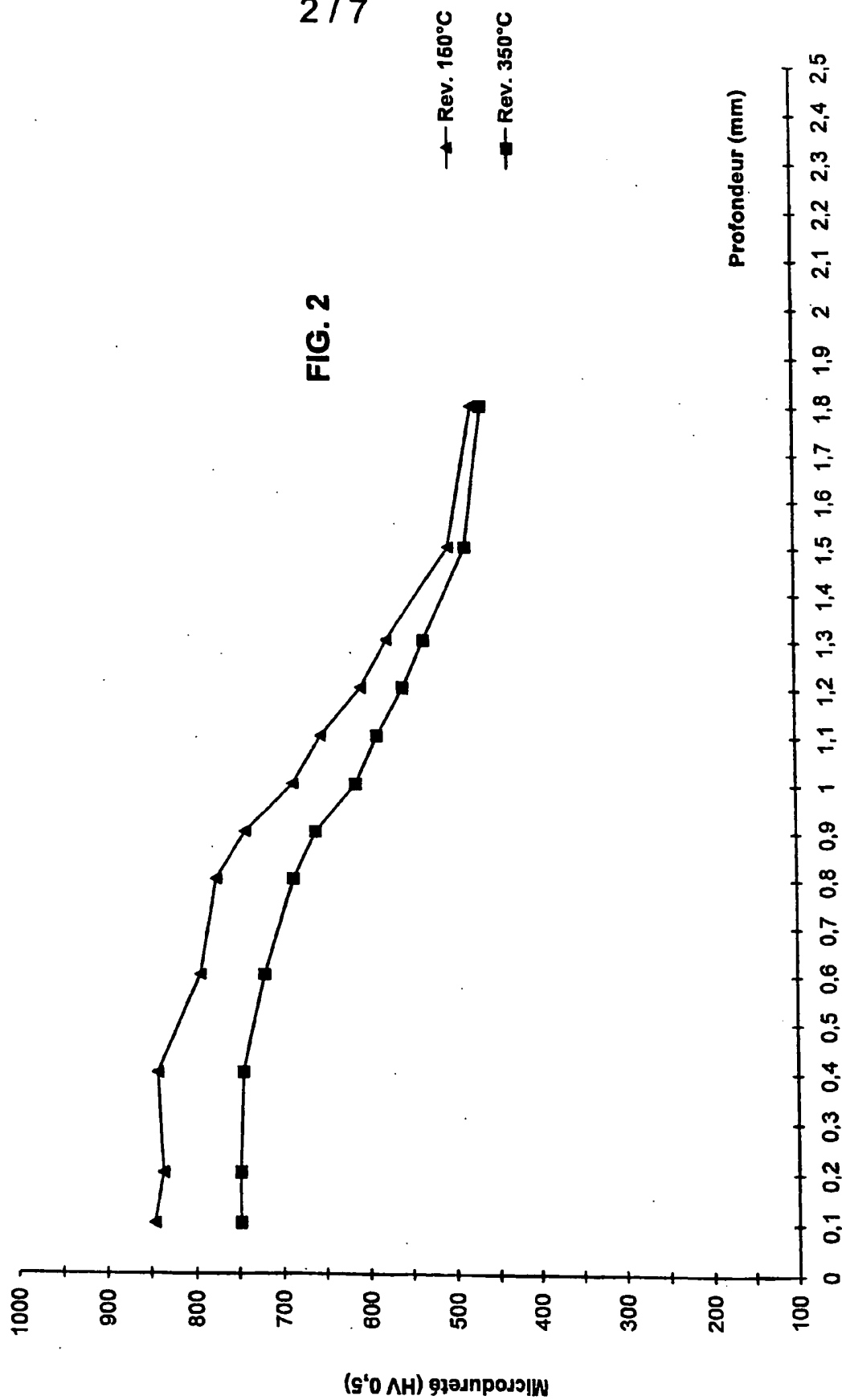
- 5      3. Composition d'acier de cémentation selon l'une des revendications 1 ou 2, comprenant en outre au plus 0,020% en poids de P et au plus 0,010% en poids de S.
- 10     4. Composition d'acier de cémentation selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, contenant en outre au plus 0,1% en poids de chaque élément Al, Ce, Ti, Zr, Ca, Nb.
5. Procédé de fabrication de pièces cémentées et traitées, comprenant les opérations suivantes :
- 15     a - constitution d'une charge destinée à obtenir une composition chimique selon l'une quelconque des revendications 1 à 4,
- 15     b - fusion de ladite charge dans un four à arc,
- 15     c - réchauffage et transformation à chaud du lingot,
- 15     d - traitement thermique d'homogénéisation de la structure et d'affinement du grain,
- 20     e - cémentation, et
- 20     f - traitement thermique d'emploi.
- 25     6. Procédé de fabrication selon la revendication 5, dans lequel la fusion dans un four à arc (étape b) est suivie d'une refusion par électrode consommable.
- 25     7. Procédé de fabrication selon la revendication 6, dans lequel la fusion dans un four à arc (étape b) est effectuée par induction sous pression réduite.
- 30     8. Procédé de fabrication selon l'une quelconque des revendications 5 à 7, dans lequel l'étape d comprend une normalisation à une température supérieure à celle du point critique AC<sub>3</sub>, un refroidissement à l'air et un revenu d'adoucissement à une température inférieure à celle du point critique AC<sub>1</sub>.

9. Procédé de fabrication selon l'une quelconque des revendications 5 à 8, dans lequel l'étape e est effectuée selon un procédé à basse pression.
10. Procédé de fabrication selon l'une quelconque des revendications 5 à 9  
5 dans lequel l'étape f comprend un refroidissement à température ambiante, puis un réchauffage à 900-1050°C, une trempe à l'huile ou au gaz, et un revenu à des températures allant jusqu'à 350°C.
11. Pièce d'acier ayant une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 4.
- 10 12. Pièce d'acier selon la revendication 11, caractérisée en ce qu'elle est obtenue par un procédé selon l'une quelconque des revendications 5 à 10.

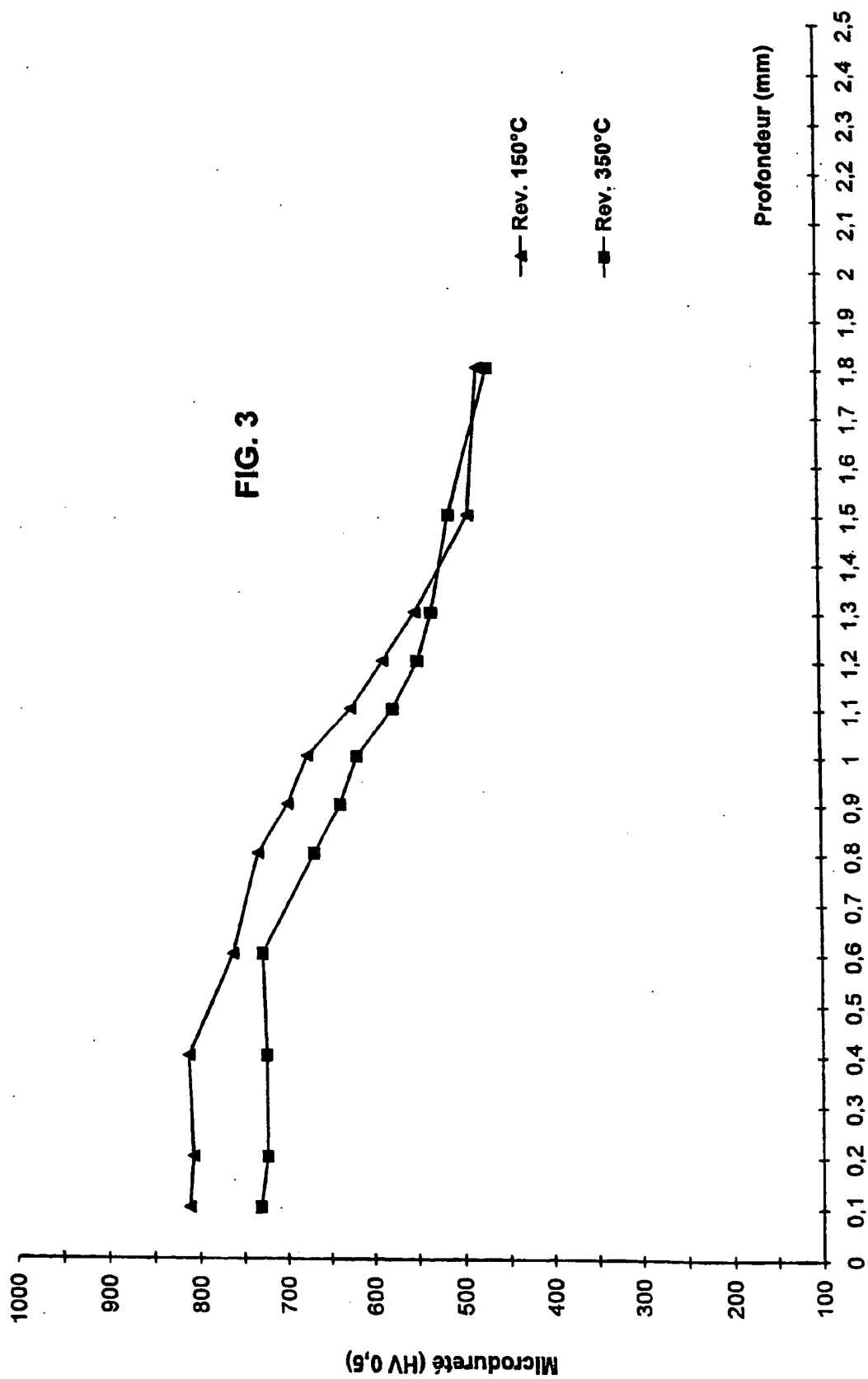
1 / 7



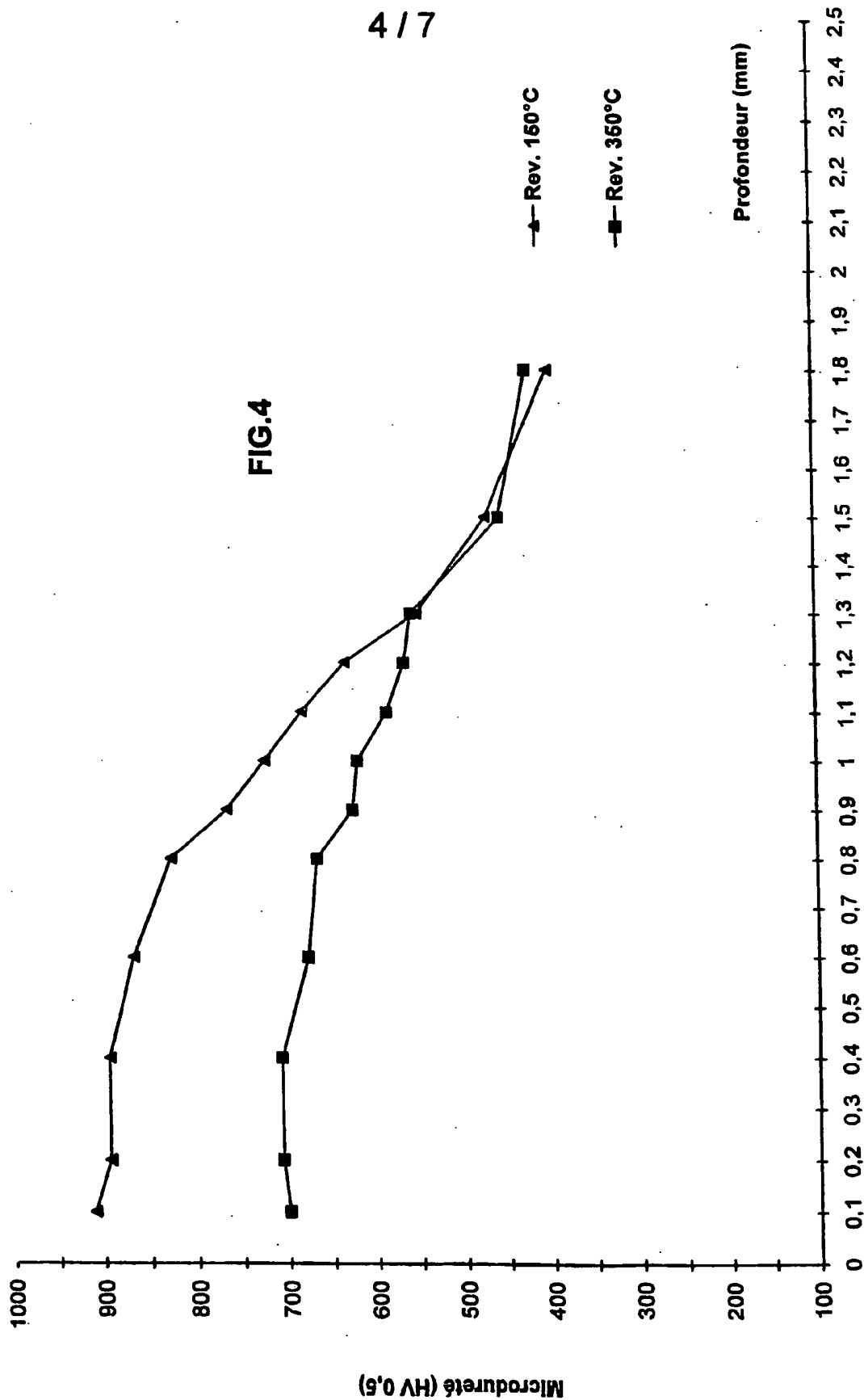
2/7



3 / 7

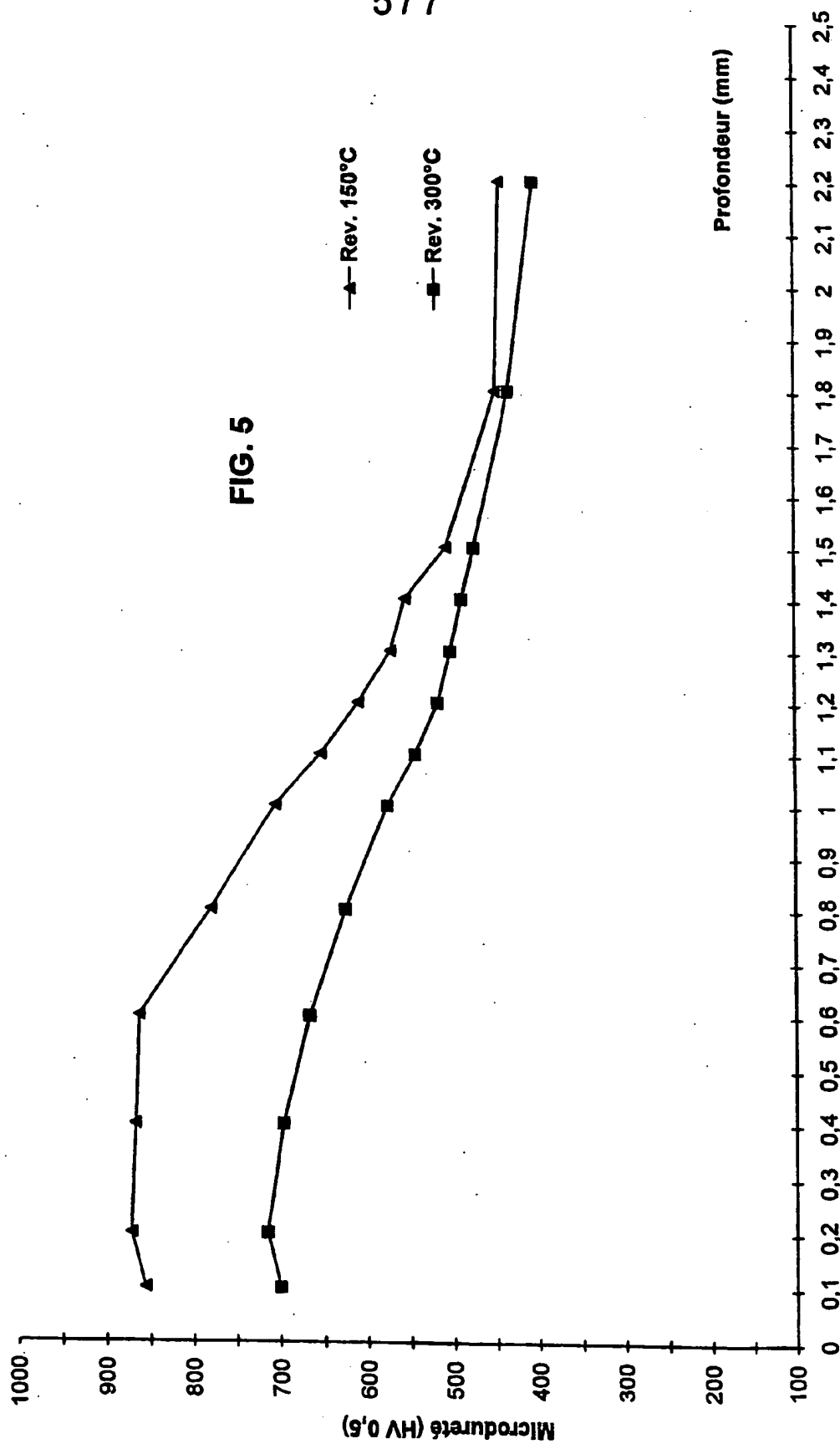


4 / 7

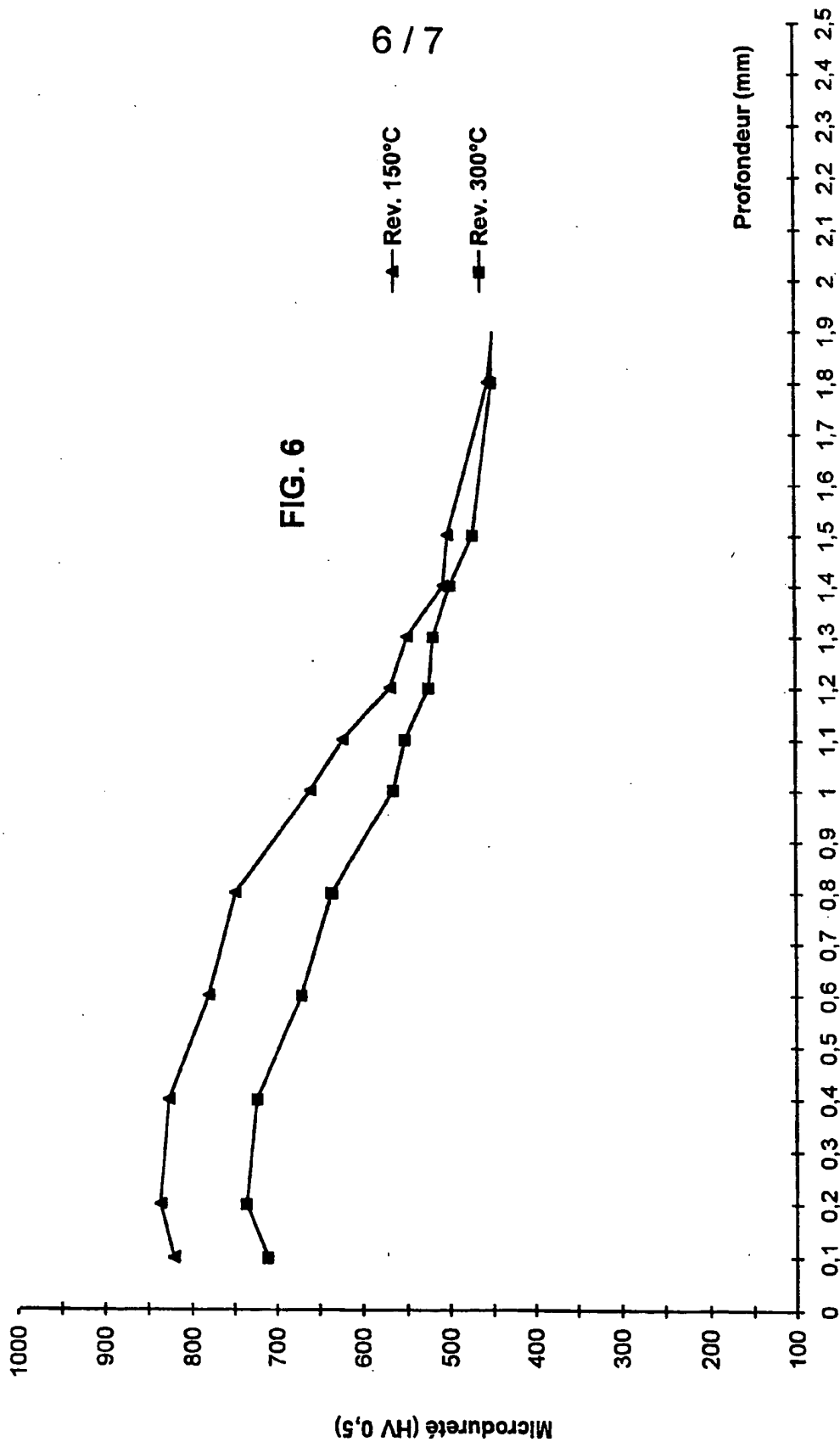


517

FIG. 5

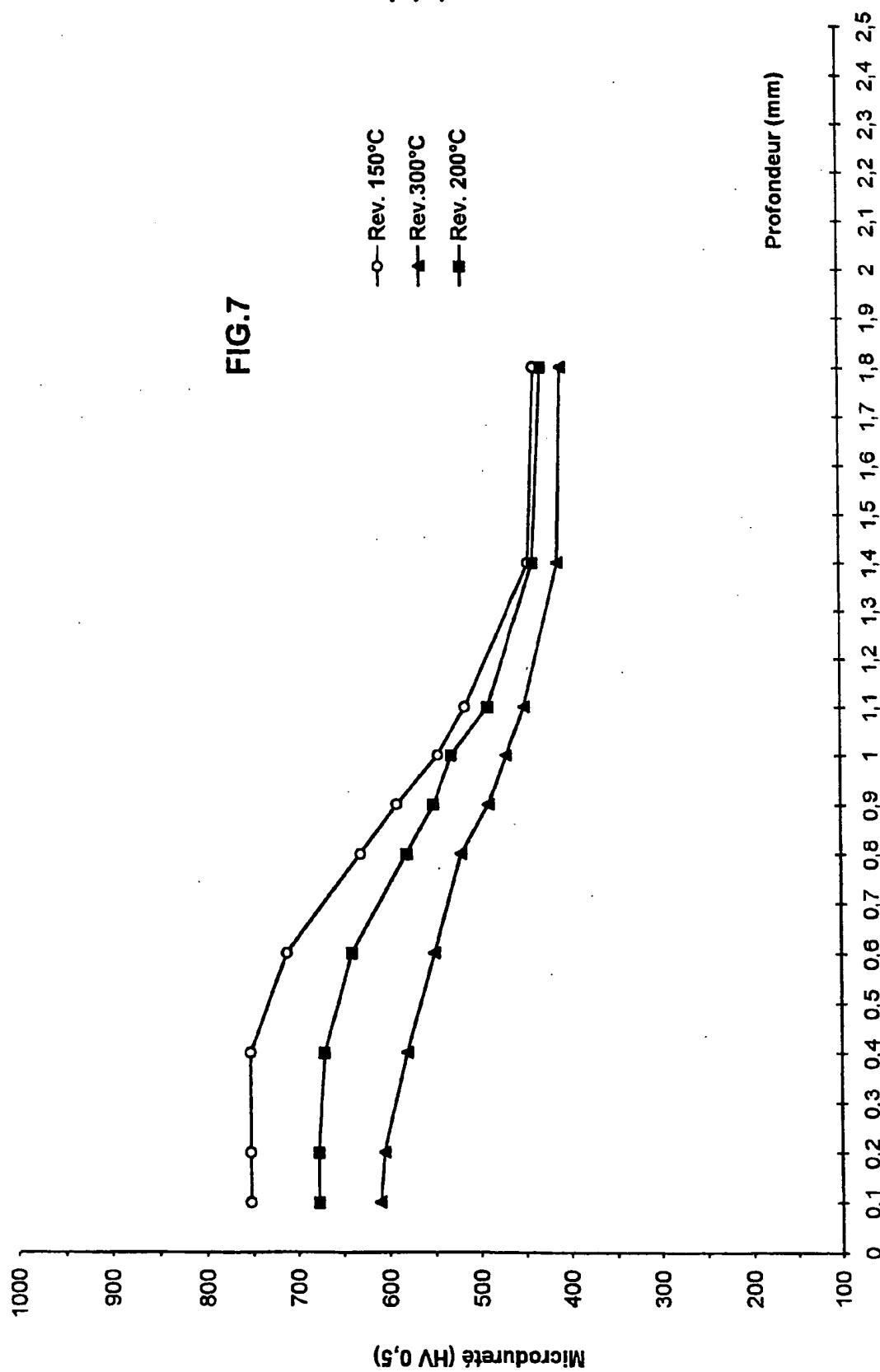


6 / 7





7 / 7



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

Pct/FR 99/01543

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C22C38/44 C22C38/42 C22C38/46

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C22C B23K C21D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	SU 516 757 A (BRAOUN ET AL.) 17 November 1977 (1977-11-17) the whole document ---	1,4
X	GB 1 172 672 A (PADLEY & VENABLES LTD.) 3 December 1969 (1969-12-03) the whole document ---	1,2,4,5
Y	FR 1 489 566 A (UNION CARBIDE CORPORATION) 25 October 1967 (1967-10-25) the whole document ---	1,3,4
Y	DE 19 05 247 A (MITSUBISHI JUKOGYO K.K.) 14 May 1970 (1970-05-14) *claims 1-3; page 14, "table 1" * -/--	1,3,4

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

\* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

22 September 1999

Date of mailing of the international search report

29/09/1999

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Lippens, M

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 99/01543

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	US 3 661 565 A (HARVEY) 9 May 1972 (1972-05-09) claims 1-4 ---	1,4
Y	SU 425 968 A (STEPANOV ET AL.) 8 October 1974 (1974-10-08) the whole document ---	1,4
A	FR 2 166 585 A (CREUSOT-LOIRE) 17 August 1973 (1973-08-17) claims 1-8 ---	1-4
A	US 3 110 798 A (KEAY; LUKENS STEEL CY) 12 November 1963 (1963-11-12) claims 1-4 ---	1,2,4
A	EP 0 236 505 A (AICHI STEEL WORKS LTD.) 16 September 1987 (1987-09-16) claims 1-3 ---	1-5
A	US 3 362 811 A (HEUSCHKEL; WESTINGHOUSE ELECTRIC CORPORATION) 9 January 1968 (1968-01-09) claims 1-8 -----	1,2